

WEST**End of Result Set**

Generate Collection

L15: Entry 10 of 10

File: DWPI

Dec 24, 1987

DERWENT-ACC-NO: 1988-039336

DERWENT-WEEK: 198806

COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfr. of permalloy thin film - comprises forming alternate nickel and iron films on a base and ion irradiating

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

NIPPON LIGHT METAL CO

RIKAGAKU KENKYUSHO CO

CODE

NIMI

RIKA

PRIORITY-DATA: 1986JP-0139924 (June 16, 1986)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 62297458 A

December 24, 1987

004

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP62297458A

June 16, 1986

1986JP-0139924

INT-CL (IPC): C23C 14/14

ABSTRACTED-PUB-NO: JP62297458A

BASIC-ABSTRACT:

Permalloy thin film is made by forming multi-layer film of alternatively laminated Ni film and Fe film on a base plate by high vacuum film forming method, followed irradiating ion species with 10-300 KeV acceleration energy for ion beam mixing. The high vacuum film forming method is pref. ion plating, sputtering, or vapour deposition method, and the ion species are inert gases e.g. Ar, Kr, and Xe, or their mixed gases, and metal ions e.g. Mo, Cr and Mn.

USE - The permalloy thin film is used as thin film magnetic heads for audio, video and digital equipment.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: MANUFACTURE PERMALLOY THIN FILM COMPRISE FORMING ALTERNATE NICKEL IRON FILM BASE ION IRRADIATE

DERWENT-CLASS: L03 M13

CPI-CODES: L03-B05M; M13-H;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1988-017580

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-297458

⑪ Int. Cl.⁴C 23 C 14/14
14/46

識別記号

庁内整理番号

8520-4K
8520-4K

⑬ 公開 昭和62年(1987)12月24日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 パーマロイ薄膜の製造法

⑮ 特 願 昭61-139924

⑯ 出 願 昭61(1986)6月16日

⑰ 発 明 者 大 平 重 男 静岡県庵原郡蒲原町蒲原1丁目34番1号 株式会社日軽技
研内⑱ 発 明 者 日 江 井 香 弥 子 静岡県庵原郡蒲原町蒲原1丁目34番1号 株式会社日軽技
研内

⑲ 発 明 者 岩 木 正 哉 和光市広沢2番1号 理化学研究所内

⑳ 出 願 人 日本軽金属株式会社 東京都港区三田3丁目13番12号

㉑ 出 願 人 理 化 学 研 究 所 和光市広沢2番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 押田 良久

明 細 書

1. 発明の名称 パーマロイ薄膜の製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 基板面上に、高真空成膜法によりニッケル膜と炭膜とを交互に積層した多層膜を形成した後、加速エネルギーが10～300 KeVとされたイオン種を照射してイオンビームミキシングすることを特徴とするパーマロイ薄膜の製造法。

(2) 高真空成膜法が、イオンプレーティング法、スパッタリング法、真空蒸着法のいずれかであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のパーマロイ薄膜の製造法。

(3) イオン種が、アルゴン、クリプトン、キセノン等の不活性ガスイオン及び窒素ガスイオンを単独又は混合したものであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のパーマロイ薄膜の製造法。

(4) イオン種が、モリブデン、クロム、マンガンの中のいずれかの金属イオンであることを

特徴とする特許請求の範囲第1項記載のパーマロイ薄膜の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明はオーディオ用、ビデオ用、デジタル用等の諸磁器における薄膜磁気ヘッド材として好適なパーマロイ薄膜の製造法に関するものである。

(従来の技術)

磁気記録装置は近年ますます高性能化や小形化が求められており、これに伴ない磁気ヘッド材料に対して、より高記録密度化、高飽和磁束密度(B_s)、高透磁率(μ)等の高性能化が要求され、これに対応するものとして薄膜磁気ヘッド材料の開発が行なわれ、パーマロイ薄膜に対しても試みられている。

従来、パーマロイ薄膜の製造法としては電気メッキ法、スパッタリング法、真空蒸着法等が試みられており、例えば Journal of Applied Physics 誌の33(1962)(米) p1152、53(1982) p2602

-2608、或いは日本金属学会誌49(1985)p34等に紹介されている。

(発明が解決しようとする問題点)

これらの中、高真空下の造膜法が生成膜の特性上、優れたものが得られ易いものとされている。しかしながら、より高性能化を果す上からは、スパッタリング法では膜中にガスが残存すること、また真空蒸着法では組成の変動が大きい等の問題を見服することが極めて困難であつた。

本発明者は新たな試みとして、ニッケル膜に鉄イオンをイオン注入する方法を検討し、パーマロイ膜を作製することができたが、例えば1000Å以上の厚膜状パーマロイ膜を作製する場合、作製時間が長くなり、鉄イオンの発生制御が困難であつたり、イオン注入装置内の清浄化処理の頻度を増やす必要があるなど、工業的により簡便に造膜し得る方法が望ましいことが分つた。

したがつて、この発明は0.5μm以下の薄膜、更に好ましくは800~4000Åの膜厚のパーマロイ薄膜の製造に適用する方法を提供するものである。

のニッケル膜と鉄膜との膜厚は所望のパーマロイ合金組成に応じて適宜のものとなし得る。例えばニッケル78~83wt%、鉄17~22wt%のパーマロイ合金膜を所望するときには、ニッケル膜と鉄膜との厚さの比が4倍以上、例えば4:1から7:1の範囲とすることにより、即ち、80~350Åのニッケル膜と20~50Åの鉄膜の組合せを一層として、それを多層に積層させることにより磁気ヘッド材料として好適なものが得られる。その多層膜の全体厚は2000~5000Å程度で、所望の実用的特性を満足することができる。

又、具体的にニッケル膜と鉄膜とを成膜する際の高真空成膜手段はイオンプレーティング法、スパッタリング法、真空蒸着法等の採用手段に応じて適宜の条件とすることができる。例えば同一真空室内にて回転テーブル上にニッケル膜と鉄膜を置き、所定間隔で回転させて窓部から目的の金属蒸気を通過させ、基板の上に沈着させることにより実施されるが、イオンプレーティング装置、高周波印加イオンプレーティング装置、スパッタリン

(問題点を解決するための手段)

この発明は、前記目的を解決するため、基板上に高真空成膜法によりニッケル膜と鉄膜とを交互に積層した多層膜を形成した後、加速エネルギーが10~300keVとされたイオン種を照射してイオンビームミキシングするようにしたものである。

この発明で基板とは、鉄・アルミニウム等の金属板、ガラス・アルミナ等のセラミックス板、ガリウム・シリコン・砒化ガリウム等の半導体基板、或いはプラスチック板などを総称するものである。

この発明は、これらの基板上に、その基板の材質などに応じた高真空成膜法、例えばイオンプレーティング法、スパッタリング法、真空蒸着法などによりニッケル膜と鉄膜とを交互に積層した多層膜を形成する。この場合、真空度がより高い方法で成膜した方が生成膜の特性上、より好ましい。

多層膜の構造は、全体膜厚が同一である場合には、一層当りの膜厚を薄くしてできるだけ多層とするのが、膜の均一性から望ましく、又一層当り

装置、イオンビームスパッタリング装置、或いは多層膜真空蒸着装置等の使用する装置に応じて、その具体的条件を適宜のものとすることができる。又成膜に際しては、常法により表面浄化処理、例えば溶剤による脱脂処理、イオンボンパード処理等の前処理を行なうものである。なお、造膜に際しては鉄膜が表層側になるように積層することにより、イオンミキシング効果をより効果的に発現できる。

以上により、全膜厚が0.5μm以下の薄膜となるように多層膜を形成するが、0.5μm以上の膜厚としても特別に有利な特性が発揮されるものではなく、製造コスト的にも、この程度の膜厚とするのが適当であり、更に実用的には800~4000Åの膜厚に形成するのが好ましい。

次いで、適宜のイオン注入機を用いてイオンビームミキシング処理を施し、層間を混合してニッケル膜と鉄膜とを混合し、所望のパーマロイ合金膜に改質させる。即ち、イオン種はアルゴン(Ar)、クリプトン(Kr)、キセノン(Xe)等の不活性ガ

スイオン及び窒素ガスイオンを単独又は混合して用いるか、モリブデン(Mo)、クロム(Cr)、マンガン(Mn)の中のいずれかの金属イオンをミキシングイオン種としての作用とパーマロイの添加元素としての作用とを兼ねて用いるかのいずれかの態様で適用される。

イオン種は、イオン化室のガスを放電させることによつて造られるが、前述の金属イオンの場合には、塩化物、例えば MoCl_5 、 CrCl_3 、 MnCl_2 等の化合物を加熱し、窒素ガスやアルゴンガスをキャリアーガスとして気化・放電させることによつて発生させることができる。なお、不活性ガスをイオン種として使用する場合には、注入条件によつて生成パーマロイ膜中に気泡として残留し、磁気特性を悪化させることがあるが、窒素ガスを用いるときには、それが残留したとしても金属と結合した状態となるので磁気特性を悪化させることがなく有利である。

このように調整されたイオン種は、イオン加速部で多層膜の全体厚さ等に応じて $10 \sim 300 \text{ KeV}$ に

あり、 $6 \times 10^{16} \text{ イオン/cm}^2$ 以上となると残留ガスの問題が発生する一方、 $2 \times 10^{16} \text{ イオン/cm}^2$ 以下となるとイオンミキシング効果が不十分で均一な膜が得られなくなるので望ましくない。なお、通常は照射量を多くすることよりも加速エネルギーを大きくする方が均一で良好な特性を示すパーマロイ薄膜が得られやすい。又 Mo、Cr、Mn 等の金属イオン種の場合には単に残留ガスの問題を避けるためにガスイオン種の代替として使用する範囲での照射量に止める場合と、更に積極的に、例えばモリブデンパーマロイ組成に相当する濃度までの照射量とする場合のいずれの照射量としてもよい。更に他の態様として Mo、Cr、Mn を含有するパーマロイ膜を製造する場合には、ニッケル膜中に、これらの Mo、Cr、Mn を含有させたニッケル合金膜に鉄膜を組み合わせた多層膜をイオンミキシングにより一体化する方法も採り得る。即ち、例えばニッケルメタルとモリブデンメタルを別々のルツボに入れて二元真空蒸着法により両メタルを同時に蒸着させることによりニッケル-モリブデ

加速した後、所望により質量分離部(特に、金属イオン種るときには、不純物混入防止のためことを通す必要がある。)を経て真空度 $2 \times 10^{-6} \sim 7 \times 10^{-7} \text{ Torr}$ に保持されたイオン注入室で、多層膜が形成され、常温に保持された基板に照射させる。

加速エネルギーが 300 KeV を超えると多層膜自体の損傷が生じたり、多層膜と基板との界面までにイオン種が到達して多層膜と基板との密着性を阻害することがあるので望ましくなく、一方、 10 KeV 未満ではスパッタリング効果のみが発生し、適切なミキシング効果が発生し難くなるので、避けた方がよく、更には $50 \sim 200 \text{ KeV}$ の範囲が好適である。

イオン種が多層膜に照射されると、加速エネルギーに応じた注入深さでイオン種が侵入し、そのイオン種の保有するエネルギーにより残留したニッケル膜と鉄膜とが溶融拡散・攪拌され、パーマロイ組成の一体膜に改質される。この場合のアルゴンイオン(Ar^+)や窒素イオン(N_2^+ 及び N^+)等の照射量は $3 \times 10^{16} \sim 5 \times 10^{16} \text{ イオン/cm}^2$ が適切で

ン複合膜を得た後に、鉄膜を成膜させることを繰返すことによつて多層膜を調整した後、窒素イオン等によつてイオンミキシングすることにより三元系パーマロイト膜を得ることができる。

(発明の効果)

この発明は、上述したように予め高真空造膜法により製造した多層膜をイオンビームミキシング法により混合・一体化するようにしたので、

- ① 従来の高真空造膜法により一段で、パーマロイ膜を製造する場合に、組成制御が困難であつたのに対して精度よく製造ができる。
- ② イオン注入法のみで、例えばニッケル膜に鉄イオンを注入する方法によりパーマロイ膜を製造する場合よりも、より厚膜状のパーマロイ膜を容易に得ることができる。

等の効果が発揮され、工業的に極めて有利な方法であつた。

(実施例)

以下実施例により説明する。

実施例-1

ガラス基板 (MICRO SLIDE GLASS 25 mm × 40 mm × 1 mm (t)) 面をアセトンで洗浄後、真空蒸着装置中にセットした。

真空蒸着装置には、回転テーブル上に純度99.9%の鉄メタルを入れたルツボと純度99.95%のニッケルメタルを入れたルツボを配して回転したとき、電子ビームがルツボに照射され、蒸発した金属蒸気が窓部を通して被処理材に堆積するようにしたものを使用した。

真空度を 4×10^{-6} Torr に保持しつつ、ニッケルと鉄とを交互に蒸着させて、次のように3種の試料を作製した。

	作製した多層膜の構造				
	一層の構造		繰返し層数	全体の層膜	表層
	下層	上層			
試料No 1	Ni 160 Å	Fe 40 Å	5層	1000 Å	Fe膜
・ No 2	Fe 40 Å	Ni 160 Å	5層	1000 Å	Ni膜
・ No 3	Fe 120 Å	Ni 20 Å	10層	1400 Å	Ni膜
・ No 4	Ni 20 Å	Fe 120 Å	10層	1400 Å	Fe膜

次に、多層膜を形成した試料をイオン注入機

気ヘッド材料としての必要特性を有することが分かる。又鉄膜を表層とし、且つ各膜を薄くする多層膜とする程、良好な特性を有するパーマロイ薄膜が得られること、又 Ar^+ イオンよりも N_2^+ イオンをイオン種として使用の方がより良い特性を示すことが、これらのデータから分かる。

実施例-2

2 mm厚さのアルミナ基板面を表面浄化した後、実施例-1と同様に真空蒸着装置内にセットし、鉄膜を上側にし、240 Åのニッケル膜と40 Åの鉄膜とを4層に形成した多層膜を基板上に形成させた。

次いで、実施例-1と同一のイオン注入機を使用して、 $MoCl_5$ を加熱して生成させたモリブデンイオン (Mo^+) を100 KeVの加速エネルギーで加速して、 2×10^{16} イオン/cm²の注入量でイオン注入しながらミキシング層を形成させた。

得られたパーマロイ層について、特性を測定したところ、飽和磁束密度 (B_s) 8000 (G)、抗磁力 (H_c) 1 (Oe) の磁気特性を示し、磁気ヘッド材

(RIKEN, 200KV, Low Current Implanter で質量分離部を保有する) にセットした。

ミキシングイオン種として Ar^+ イオン、 N_2^+ イオンを用い加速エネルギー150 KeVで照射量を 5×10^{16} イオン/cm²として、真空度 4×10^{-6} Torrに保持されたイオン注入室中であつて常温の試料に対して照射を行ない、イオンミキシング操作を行なった。得られた試料について飽和磁束密度 B_s 及び抗磁力 H_c を測定したが、その結果を次表に示す。

	ミキシングイオン種	飽和磁束密度 (B_s)	抗磁力 (H_c)
試料No 1	Ar^+	5700 (G)	5 (Oe)
	N_2^+	5600	3
・ No 2	Ar^+	6400	3
	N_2^+	7500	2
・ No 3	N_2^+	8000	0.5
・ No 4	N_2^+	8500	0.1

一般に、飽和磁束密度 B_s が3000 (G) 以上、抗磁力 H_c が5 (Oe) 以下であれば磁気ヘッド材料として適用できることから、上記のいずれの場合も磁

料として十分適用し得るものであつた。

特許出願人 日本軽金属株式会社

同 理 化 学 研 究 所

代 理 人 坪 田 良 久

